

底質中 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカンの分析法開発

及び名古屋市内の濃度実態

長谷川 瞳, 渡辺 正敏

Analytical Method of 1,2,5,6,9,10-Hexabromocyclododecane in Sediment, and Concentration of Environment in Nagoya.

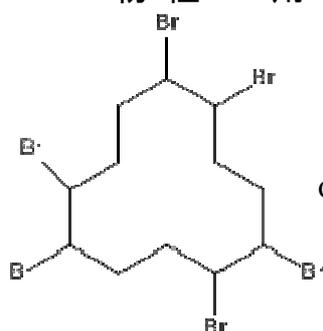
Hitomi Hasegawa, Masatoshi Watanabe

はじめに

我々の生活環境中に存在する建材・繊維製品・樹脂製品・電化製品などには、安全性のため、その多くに難燃剤が使用されている。これらの難燃剤の中で、最近では臭素系難燃剤に高い関心が集まっている。臭素系難燃剤は、残留性有機汚染物質(POPs)と類似の物理化学性を有することから、その使用に伴う環境汚染拡大と生態影響が懸念されている。1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカン(HBCD)は建材や繊維等に広く使用されている臭素系難燃剤のひとつであり、近年、使用量が増加傾向にある。すぐれた性質を持つ一方で、環境中における残留性・生物蓄積性から人や生態に対するリスクが懸念されている。我が国では化審法第一種監視化学物質にも指定されており、次期 POPs 候補物質として社会的関心も集めている。

今回はHBCDについてLC/MSを用いた分析法の検討を行い、名古屋市内の底質中の濃度実態を調査したのでここに報告する。また、この調査は平成 21,22 年度環境省化学物質環境実態調査分析法開発業務の一環で行ったものである^{1),2)}。

物性・用途等³⁾



$C_{12}H_{18}Br_6$
CAS 番号 3194-55-6

分子量	蒸気圧 (kPa)	水溶解度 (mg/L)	LogPow
641.70 (635.650866)	6.3×10^{-9}	8.6×10^{-3} (25°C)	7.74

毒性情報 : (単位: mg/kg bw)

>10000:ラット, 14d-LD₅₀ 異性体混合物

U.S.EPA/OPTS Public Files, (1990)

>6400:マウス, 14d-LD₅₀ 異性体混合物

U.S.EPA/OPTS Public Files, (1990)

0.9:マウス, 3ヶ月, NOEL 過敏行動増加

用途 : 難燃剤 (主に発泡スチレン, 繊維),
接着剤の硬化促進剤

器具・試薬

[試薬]

α -HBCD, β -HBCD, γ -HBCD, δ -HBCD, ϵ -HBCD, $^{13}C_{12}$ - α -HBCD, $^{13}C_{12}$ - β -HBCD, $^{13}C_{12}$ - γ -HBCD : 全て Cambridge Isotope Laboratory 製, (50 μ g/mL) 99%, メタノール, アセトニトリル : 関東化学製, LC/MS 用, アセトン, ヘキサン, ジクロロメタン, フロリジル PR, : 和光純薬製, 残留農薬用, 44% 硫酸シリカゲル: 和光純薬製, ダイオキシシン類分析用, 銅粉末: 和光純薬製, 特級, ハイドロマトリックス, ガラスビーズ

[器具]

高速溶媒抽出装置 ASE 300 : DIONEX, 超音波装置, ビーカー(100 mL), 目盛付き試験管, メスフラスコ(50

mL), 標線ビン, 分液ロート(100 mL, 300 mL, 1 L), ナス型フラスコ(100 mL, 200 mL, 300 mL), 窒素吹き付け装置, ガラス製クロマト管(ガラスコック付き, 内径 10 mm, 長さ 300 mm)

分析 方法

[試料の採取及び保存]

環境省「化学物質環境調査における試料採取にあたっての留意事項」に従う。

[試料の前処理及び試料液の調製]

乾重量あたり 5 g 程度の底質試料を 100 mL ビーカーに量り取り, 銅粉末 1 g とハイドロマトリックス 13 g を加えて, 均一になるようによく混合した。そこへ, サロゲートとして $^{13}\text{C}_{12}$ - α , β , γ -HBCD を 50.0 ng (1.00 mg/L, 50.0 μL) 添加した後, さらによく混合し, 試料が均一になったら, 66 mL ASE セルへ移し入れた。セルにすき間がある場合, ガラスビーズを入れて, セル内を満たし, アセトン 100%, 100°C, 1500 psi で 2 回, 高速溶媒抽出(ASE)を行った。

ASE が終わったら, 抽出液を 300 mL のナス型フラスコに移し入れ, ロータリーエバポレーターにて 5 mL 程度まで濃縮した。

300 mL 分液ロートに精製水 140 mL と飽和食塩水 20 mL を入れ, そこへ濃縮した抽出液とヘキサン 40 mL を加えた。抽出液が入っていた 300 mL のナス型フラスコは, アセトン 2~3 mL 程度と, ヘキサン 10 mL 程度で洗い込み, 300 mL 分液ロートへ併せ, 10 分間振とうした。十分に静置した後, 水層を除き, さらに 100 mL の精製水を加えて, 再び 10 分間振とうした。再度, 水層を取り除き, 無水硫酸ナトリウムで脱水し, 100 mL ナス型フラスコへ入れて, ロータリーエバポレーターにて 5 mL 程度まで濃縮した。

濃縮液をヘキサンで 10 mL に定容したものと, ヘキサン飽和アセトニトリル 50 mL を 100 mL 分液ロートに入れ, 10 分間振とう, 静置し, ヘキサン層とアセトニトリル層に分離した後, アセトニトリル層を別の 100 mL 分析ロートに移した。残ったヘキサン層に再度ヘキサン飽和アセトニトリル 50 mL を加え, 振とう静置した後, アセトニトリル層を先に別の 100 mL 分液ロートに分取しておいたアセトニトリル層に合わせた。合わせたアセトニトリル層に精製水 5 mL を加え, 10 分間振とう, 静置した。次に, 1 L 分液ロートにその含水アセトニトリル層と 2% 塩化ナトリウム水溶液 500

mL, ヘキサン 50 mL を入れ, 10 分間振とう, 静置し水層は再度ヘキサン 50 mL で抽出した。ヘキサン層を併せ, 精製水 20 mL で 2 回水洗し, 無水硫酸ナトリウムで脱水後, 200 mL ナス型フラスコへ入れて, ロータリーエバポレーターにて 2 mL 程度まで濃縮した。

ガラス製クロマト管(ガラスコック付き, 内径 10 mm, 長さ 300 mm) に, ガラスウール, フロリジル 4 g, 44% 硫酸シリカゲル 4 g, フロリジル 1 g, 無水硫酸ナトリウム 1 g の順に詰めて, カラムを作成した。抽出液を負荷して, 10%ジクロロメタン/ヘキサン 35 mL を流した後, 25%ジクロロメタン/ヘキサン 50 mL を 100 mL ナス型フラスコへ回収し, ロータリーエバポレーターにて 2 mL 程度まで濃縮した。その後, 10 mL 容目盛付き試験管に移し入れ, 窒素吹きつけにより 0.5 mL 程度まで濃縮し, ヘキサンにて 1 mL に定容して試験液とした。試験液 5 μL を LC/MS/MS に注入し, ESI-Negative で測定した^{4,5)}。

[空試験液の調製]

試料と同量の精製水を用い, [試料の前処理及び試料液の調製] の項に従って操作し, 得られた試料液を空試験液とした。

[標準液の調製]

α , β , γ -HBCD 50.0 $\mu\text{g/ml}$ の標準原液を正確に 500 μL 量り取り, アセトニトリル 25 mL で希釈して 1.00 mg/L の標準液を作製した。 $^{13}\text{C}_{12}$ - α , β , γ -HBCD も同様にして 50.0 $\mu\text{g/ml}$ の標準原液をアセトニトリルで希釈して 1.00 mg/L のサロゲート内標準液を作製した。

[測定]

[LC/MS 条件]

LC/MS 機種名 : Waters 社製

2695/QuattroMicro API

LC 機種 : Waters 2695

カラム : Ascentis express 18

(2.1 mm×100 mm×2.7 μm) supelco

移動相 : A : water B : CH_3OH C : CH_3CN
0→12 min A:25→22, B: 67.5→70.2, C: 7.5→7.8

12→15 min A:22→0, B:70.2→90, C:7.8→10

15→20 min A:B:C=0:90:10

20→25 min A:B:C=0:0:100

25→30 min A:B:C=25:67.5:7.5

(0→12 min, 12→15 min とともに linear gradient)

(移動相が 2 液までしか設定できない場合)

A : water B : CH₃OH : CH₃CN = 9 : 1
 0→12 min A:25→22, B: 75→78 linear gradient
 12→15 min A:22→0, B:78→100 linear gradient
 15→25 min A:B=0:100
 25→30 min A:B=25:75
 流量 : 0.2 mL/min
 カラム温度 : 40°C
 注入量 : 5 μL

(MS)

機種 : Waters QuattroMicro API
 コーン電圧 : 30 V
 コリジョン電圧 : 15 eV
 キャピラリー電圧 : 1.20 kV
 コーンガス流量 : 50 L/hr
 デソルベーションガス流量 : N₂(700 L/hr)
 ソース温度 : 110°C
 デソルベーション温度 : 350°C
 イオン化法 : ESI(-)SRM
 モニターイオン : 641 > 79
 (確認イオン 677 > 79)
 モニターイオン (内標準) : 653 > 79

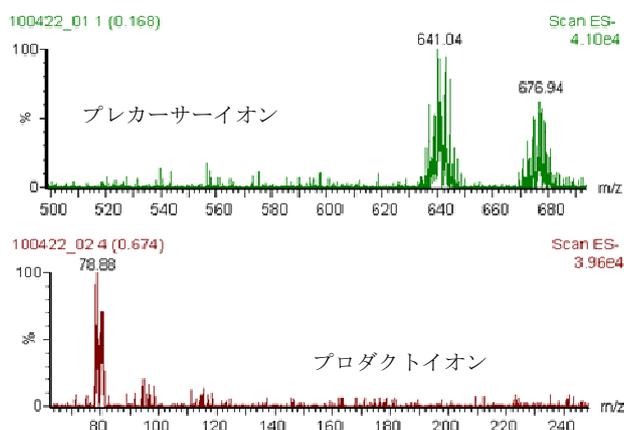


Fig.1 マススペクトル

〔検量線〕

検量線用標準溶液は、1.00 mg/L の標準液を窒素吹きつけにより乾固直前までアセトニトリルを留去し、ヘキサンに転溶した後、ヘキサンで順次希釈して、2.00 ng/mL から 100 ng/mL の検量線用標準液を作製した。

各検量線用標準液のサロゲート内標準物質濃度が 50.0 ng/mL になるように 1.00 mg/L のサロゲート内標準液を添加した。

内標準物質のみを添加した溶媒ブランクを含めて、5

種類以上の検量線用標準溶液 5 μL を LC/MS/MS に導入して分析した。溶媒ブランク試料からは被検物質のピークが検出されない事を確認した。得られる各クロマトグラムにおいて、標準物質のピーク面積を内標準物質のピーク面積で割って得られる比を計算し、検量線の縦軸とした。分析した検量線用標準溶液に含まれる標準物質の濃度を内標準物質の濃度で割って得られる比を計算し、検量線の横軸とした。重み付けなしで、最小二乗法により、原点を通過する一次の検量線を作成し、関係式及び寄与率 (r²) を計算した。寄与率が 0.995 以上であることを確認した。各測定点における濃度比の残さを計算し、測定誤差が ±15% 以下であることを確認した。

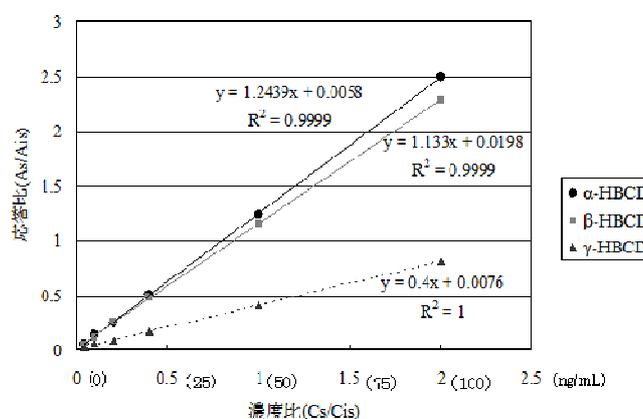


Fig.2 検量線

〔定量〕

試料液 5 μL を LC/MS/MS に導入して分析した。得られた被検物質のピーク面積を内標準物質のピーク面積で割った比から、検量線を基にして、被検物質濃度を内標準物質濃度で割った比 (R) を求めた。

〔濃度の算出〕

試料水中濃度 C (ng/L) は次式により算出した。

$$C = R \cdot Q/V$$

R : 検量線から求めた被検物質濃度を内標準物質濃度で割った比

Q : 試料中に添加した内標準の量 (ng) (= 添加する内標準の濃度 (ng/μL) × 添加する内標準の容量 (μL))

V : 試料水量 (L)

〔装置検出下限 (IDL)〕

本分析に用いた LC/MS (Waters QuattroMicro API) の IDL を下表に示す (注)

Table 1 装置検出下限 (IDL) の算出

物質名	α	β	γ
試料量(g-dry)	5	5	5
最終液量(mL)	1	1	1
注入濃度(ng/mL)	2	2	5
装置注入量(mL)	5.0	5.0	5.0
結果1(ng/mL)	1.75	2.09	4.67
結果2(ng/mL)	1.64	2.12	4.76
結果3(ng/mL)	1.74	1.90	4.23
結果4(ng/mL)	1.86	2.06	4.61
結果5(ng/mL)	1.89	2.04	4.56
結果6(ng/mL)	1.92	1.89	4.20
結果7(ng/mL)	2.05	2.09	4.67
結果8(ng/mL)	1.78	1.95	4.34
平均値(ng/mL)	1.829	2.017	4.506
標準偏差(ng/mL)	0.130	0.090	0.216
IDL(ng/mL)	0.491	0.340	0.818
IDL試料換算値(ng/g-dry)	0.098	0.068	0.164
S/N	11	11	14
CV(%)	7.1	4.4	4.8
IDL=t(n-1,0.05)*2* σ_{n-1}			

Table 2 測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) の算出

物質名	α	β	γ
試料量(dry-g)	5	5	5
添加量(ng)	10	10	25
試料換算濃度(ng/g-dry)	2	2	5
最終液量(mL)	1	1	1
注入液濃度(ng/mL)	10	10	25
装置注入量(mL)	5	5	5
操作ブランク(ng/g-dry)*1	0	0	0
無添加平均(ng/g-dry)*2	<2.7	<2.8	<4.8
結果1(ng/g-dry)	2.26	2.07	4.58
結果2(ng/g-dry)	2.32	2.19	4.88
結果3(ng/g-dry)	2.55	2.20	5.46
結果4(ng/g-dry)	2.69	2.77	4.76
結果5(ng/g-dry)	2.14	2.57	5.25
結果6(ng/g-dry)	2.72	2.77	5.67
結果7(ng/g-dry)	2.86	2.38	4.36
平均値(ng/mL)	2.506	2.421	4.993
標準偏差(ng/mL)	0.271	0.285	0.481
MDL(ng/g-dry)*3	1.054	1.106	1.870
MQL(ng/g-dry)*4	2.7	2.8	4.8
S/N	15	11	12
CV(%)	10.8	11.8	9.6

*1 操作ブランク平均:試料マトリクスのみがない状態で他は同様の操作を行い測定した値の平均 (n=3)

*2 無添加平均: MDL 算出用試料に標準を添加していない状態で含まれる濃度の平均値(n=3)

*3 MDL = t(n-1, 0.05) × σ_{n-1} × 2

*4 MQL = σ_{n-1} × 10

*5 サロゲート回収率: α ; 84.3%, CV% 7.5%
 β ; 66.2%, CV% 11%
 γ ; 81.4%, CV% 8.1%

[測定方法の検出下限 (MDL), 定量下限 (MQL)]

本測定方法における検出下限及び定量下限を Table2 に示す. 装置検出下限 (IDL)・測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 17 年 3 月)により算出した.

結果および考察

[添加回収実験結果]

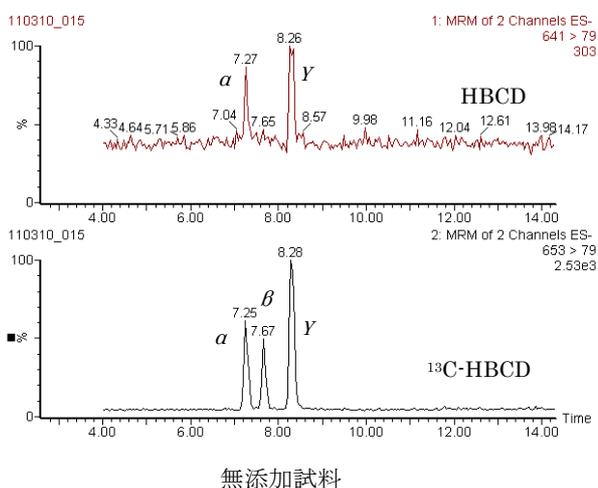
底質 (名古屋港) への標準物質添加回収結果を Table 3 に示す. 添加回収試験試料のクロマトグラムを Fig.3 に示す.

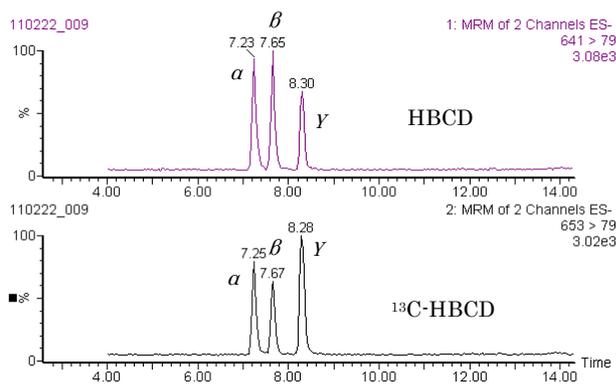
Table 3 添加回収実験結果

物質名	α	β	γ
試料量(g-dry)	5	5	5
標準添加量(ng)	50	50	50
測定回数	5	5	5
検出濃度(ng/g-dry)	10.61	11.23	13.42
回収率(%)	98.4	110.5	109.8
IS回収率(%)	94.7	75.2	87.9
CV(%)	8.3	12.1	16.6

物質名	α	β	γ
試料量(g-dry)	5	5	5
標準添加量(ng)	無添加	無添加	無添加
測定回数	2	2	2
検出濃度(ng/g-dry)	ND (0.77)	ND (0.18)	ND (2.44)
回収率(%)	-	-	-
IS回収率(%)	80.7	60.3	77.2

(注) ND とは MQL 以下の値であったことを示す. 括弧内の数字は参考値.





標準液 50 ng 添加

Fig.3 添加回収試験試料測定時のクロマトグラム

〔保存性試験結果〕

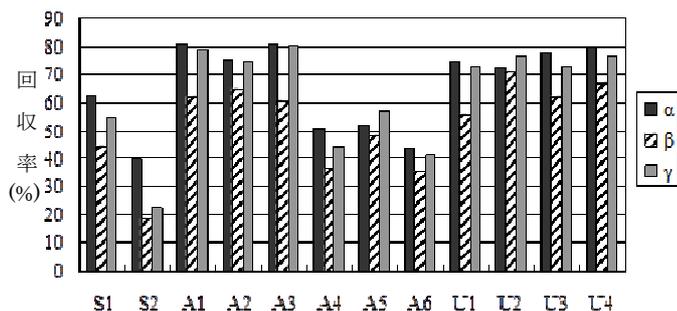
保存性試験結果を Table 4 に示す。

Table 4 保存性試験結果

	初期濃度 (ng/mL)	残存率 (%)			
		α	β	γ	
標準溶液 (1か月後)	検量線最低濃度	2	103	107	100
	検量線最高濃度	100	96	102	97
粗抽出液 (14日後)	20	97	95	97	

〔抽出方法の検討〕

抽出方法の検討を行った結果を Fig.4 に示す。下図は添加した内標準物質の回収率を表している。



S1, S2 : ソックスサーム抽出

A1~A6 : 高速溶媒抽出

U1~U4 : 超音波・振とう抽出

Fig.4 抽出方法による回収率の違い

抽出条件

ソックスサーム抽出 : 抽出温度 180°C, 煮沸時間 45 分間, 抽出時間 30 分間. 使用溶媒 1 回目アセトン, 2 回

目へキサン (S1, 2).

高速溶媒抽出(ASE) : 抽出温度 100°C, 圧力 1500 psi, 加熱時間 5 分間. 使用溶媒アセトン (A1~A3), アセトニトリル (A4~A6).

超音波・振とう抽出 : 超音波 10 分間, 振とう 10 分間, 2500 rpm 遠心分離 10 分間を 3 セット. 使用溶媒アセトン (U1, 2), アセトニトリル (U3, 4)

検討の結果, アセトンを用いた高速溶媒抽出, および超音波・振とう抽出が, 他の抽出方法と比べて内標準物質の回収率が高かった (Fig.4). ただし, 超音波・振とう抽出の場合, 底質からの抽出効率が高速溶媒抽出の場合と比較して低い可能性がある. 測定結果のクロマトグラムを見ると, α, β に関しては A1 と U1 のピーク面積に大きな差はないが, γ のピーク面積は大きく差が出た. A2~A6, U2~U4 についても同様の傾向が見られた.

以上の結果から, アセトンを用いた高速溶媒抽出を採用することとした.

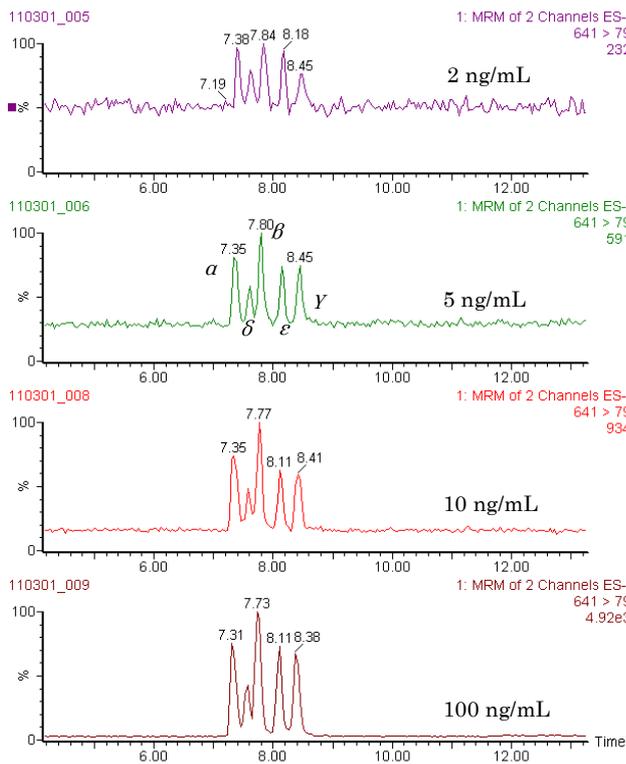
〔最終溶液の使用溶媒について〕

名古屋港の底質を前処理した場合, 硫酸処理, フロリジルカラム処理をしても, 最終的にアセトニトリルでメスアップすると, 不溶成分が出てきてしまう. そのため, 回収率が良好な結果が得られなかった.

そこで, 最終溶液に使用する溶媒をアセトニトリル, メタノール, アセトン, THF, イソプロパノール, ヘキサンと 6 種類を使用してみたが, 不溶成分が出てこなかったのはヘキサンを使用した場合のみであった. なお, ヘキサンとアセトン, アセトニトリルなどの混合溶媒も検討したが良好な結果は得られなかった.

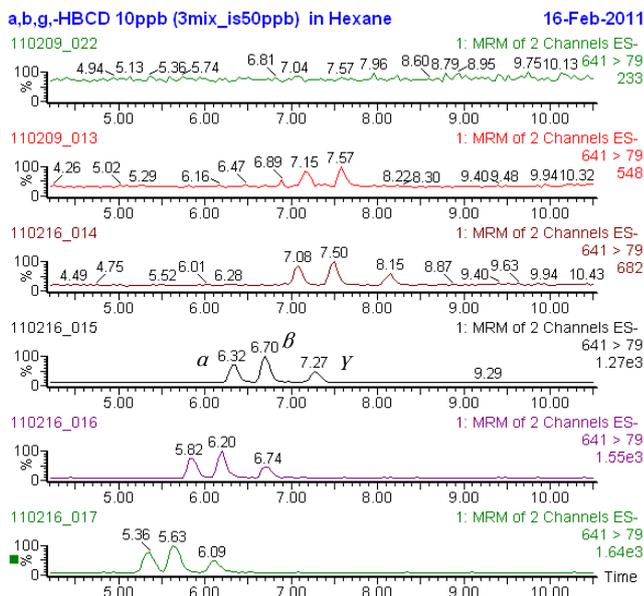
HPLC にヘキサンを注入するのは一般的ではないが, 試してみたところ, 特に問題なく測定ができるようであった. 最終溶液をヘキサン溶液にして LC/MS に注入する際の再現性等を確認した.

標準液および底質試料のヘキサン溶液を 100 回以上注入した後も, 再現性よく測定出来ることは確認できた. ただし, 場合によってはピーク形状が崩れることもあり若干の注意が必要である (頻度的には数十回のうちの 1 回). γ のピークは崩れやすいが, α, β のピークが崩れることはなかった. また, γ のピーク形状が崩れた場合でも, ピーク面積はあまり変わらなかった. ピーク形状が崩れてきたらアセトニトリル 100% で数時間カラムを洗浄することにより元に戻った.



左から順に α , δ , β , ϵ , γ -HBCD

Fig. 6 5 異性体混合標準液（ヘキサン溶液）測定時のクロマトグラム



上から順に, 1, 2.5, 5, 10, 15, 20 μ L 注入

Fig. 7 標準液（ヘキサン 100%溶液）測定時のクロマトグラム

ヘキサン注入は、アセトニトリル注入よりもピークがシャープで、低濃度試料の場合においてもピーク処理がしやすい一方、ヘキサン注入にすると、5 異性体のベースライン分離は厳しく、 α , β , γ の 3 異性体のみ分析となる（ベースライン分離はできないが存在を確認する程度であれば可能）。参考までに Fig.6 に 5 異性体を測定した際のクロマトグラムを示した。

Fig.7 はヘキサン溶液にした標準溶液を注入量を変化させて測定した結果を示す。結果、注入量が少なすぎても多すぎても良くなく、カラムや装置への影響等も考慮して 5 μ L 注入にすることとした。

〔アセトニトリル／ヘキサン分配の検討〕

硫酸シリカ・フロリジルカラムクロマトグラフィーによるクリーンアップでは、最終溶液中に、不溶物が出てくる可能性がある。そのため、不溶物を除去するために、抽出後、アセトニトリル・ヘキサン分配を行うこととした。

高速溶媒抽出後はアセトン溶液になっているので、ヘキサンへ転溶・脱水した。ヘキサン溶液 10 mL に対してヘキサン飽和アセトニトリル 50 mL で分配操作を 2 回行った。分配を行った後は、通常通り、硫酸シリカ・フロリジルカラムクロマトグラフィーによるクリーンアップを行い、最終、ヘキサン溶液にして、LC/MS 分析を行った。

結果、最終溶液中に目視できるほどの不溶物が出てこなくなったため、回収率の向上が期待されたが、分配操作による損失もあるため、アセトニトリル・ヘキサン分配操作の有無により、回収率に大きな相違が出ることはなかった（Table 5 の結果参照）。

特に妨害物質があまり多く含まれていないようなきれいな底質を分析する場合には、アセトニトリル・ヘキサン分配による損失の方が大きくなる可能性が高く、前処理の際には省略した方がよい。

Table 5 アセトニトリル・ヘキサン分配操作の有無による回収率の違い(%)

サンプルNo	分配操作あり		
	α	β	γ
K1	86.6	68.8	85.8
K2	76.7	59.8	71.7
K3	82.3	56.4	89.7
K7	84.4	59.9	80.7
K8	76.8	71.7	75.4
K9	76.1	60.3	75.3
K10	85.4	53.4	79.1
average	81.2	61.5	79.7

分配操作なし			
サンプルNo	α	β	γ
K11	79.3	67.6	87.3
K12	86.0	47.4	84.1
K13	86.1	80.7	92.8
K14	84.7	49.1	96.0
average	84.0	61.2	90.1

[環境試料測定例]

名古屋市河川底質を測定した結果を Fig.8 に示す (上段 ; 山崎川道德橋, 下段 ; 戸田川石橋).

名古屋市河川底質の多くの地点において HBCD は検出され, その濃度レベルは α : N.D.~10 ng/g-dry, β : N.D.~2 ng/g-dry, γ : N.D.~12 ng/g-dry であった.

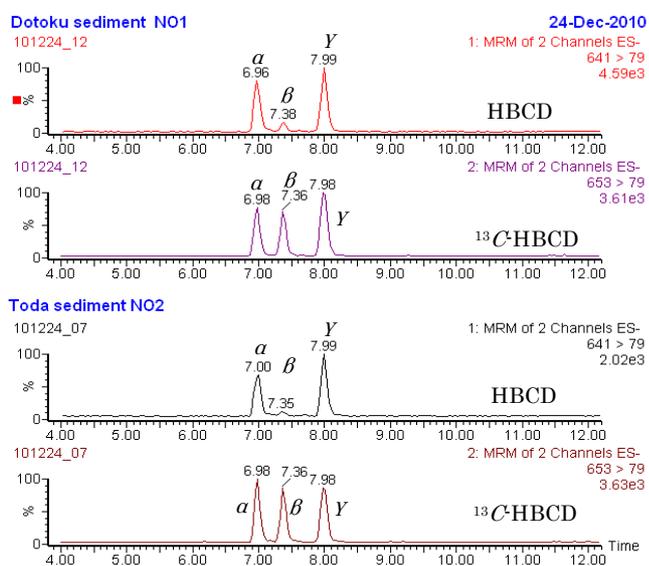


Fig.8 名古屋市河川底質測定時のクロマトグラム

名古屋港底質を測定した結果を Table 6 に, 試料採取地点を Fig. 9 に示す. 名古屋市内河川底質と同様に, すべての地点において, HBCD は検出され, その濃度レベルは α : N.D.~12 ng/g-dry, β : N.D.~2 ng/g-dry, γ : N.D.~12 ng/g-dry であった. 濃度レベルは河川底質, 海底質ともに同程度であったが, 検出される HBCD 異性体の割合が, 地点によって若干異なった. この理由としては, 排出源からの距離, 生物分解等が考えられる.

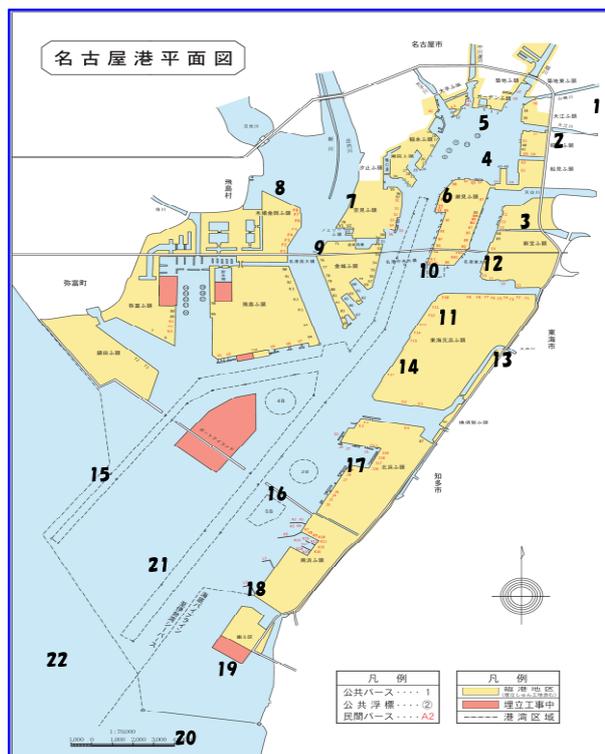


Fig.9 名古屋港底質の採取地点

Table 6 名古屋港底質中の HBCD 測定結果

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
α (ng/g-dry)	7.81	12.57	4.08	4.90	6.27	1.12	0.09	0.67	8.06	0.78	0.18
β (ng/g-dry)	2.51	2.62	0.15	0.79	1.61	0.15	0.00	0.11	1.57	0.03	0.00
γ (ng/g-dry)	11.26	11.97	2.75	5.08	10.02	1.82	2.06	10.19	9.27	1.63	0.25
total(ng/g-dry)	21.59	27.16	6.98	10.77	17.90	3.09	2.15	10.97	18.90	2.45	0.43
α (ng/mg-TOC)	0.24	0.16	0.26	0.12	0.15	0.04	0.11	0.21	1.26	0.03	0.01
β (ng/mg-TOC)	0.08	0.03	0.01	0.02	0.04	0.01	0.00	0.04	0.25	0.00	0.00
γ (ng/mg-TOC)	0.35	0.15	0.17	0.13	0.24	0.06	2.31	3.24	1.45	0.07	0.02
total(ng/mg-TOC)	0.67	0.34	0.44	0.27	0.43	0.11	2.42	3.49	2.96	0.10	0.03
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
α (ng/g-dry)	0.77	5.92	1.12	0.40	0.29	1.83	0.21	0.09	0.04	0.47	0.55
β (ng/g-dry)	0.00	0.65	0.32	0.05	0.00	0.67	0.00	0.00	0.00	0.14	0.27
γ (ng/g-dry)	0.64	6.72	3.70	0.76	1.70	2.74	0.56	0.21	0.00	1.85	4.61
total(ng/g-dry)	1.41	13.29	5.14	1.21	2.00	5.25	0.76	0.30	0.04	2.45	5.43
α (ng/mg-TOC)	0.06	0.18	0.03	0.03	0.03	0.11	0.05	0.01	0.02	0.04	0.03
β (ng/mg-TOC)	0.00	0.02	0.01	0.00	0.00	0.04	0.00	0.00	0.00	0.01	0.02
γ (ng/mg-TOC)	0.05	0.21	0.11	0.05	0.15	0.16	0.12	0.03	0.00	0.15	0.28
total(ng/mg-TOC)	0.12	0.41	0.15	0.09	0.18	0.31	0.17	0.05	0.02	0.20	0.33

(MDL 以下の値も参考値として記載)

まとめ

本法により底質試料中 HBCD の 1 ng/g-dry 程度の検出が可能であり、5 ng/ng-dry 程度の定量が可能となった。本法の MDL は α : 1.1 ng/g-dry, β : 1.1 ng/g-dry, γ : 1.9 ng/g-dry で、河川底質を用いた添加回収試験（添加量 50 ng）の回収率は α : 98%, β : 111%, γ : 110%（サロゲート回収率は α : 95%, β : 75%, γ : 88%）であった。環境試料を測定した結果、多くの地点において HBCD は検出され、その濃度レベルは α : N.D.~10 ng/g-dry, β : N.D.~2 ng/g-dry, γ : N.D.~12 ng/g-dry であった。

前処理時、細心の注意を払うべき点は、特にないが、環境中から検出される可能性が非常に高い物質であることを念頭に、コンタミネーション等には注意を払って分析を心掛けたほうがよい。

文献

- 1) 「平成 19 年度 化学物質環境実態調査委託業務詳細要領」環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課
- 2) 「化学物質環境実態調査実施の手引き」（平成 17 年 3 月）環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課
- 3) chemicalbook より
http://www.chemicalbook.com/ProductIndex_JP.aspx
- 4) 棚田京子, 門上希和夫, *環境化学* 15(3), 561-568, (2005).
- 5) S.Suzuki, A.Hasegawa, *Anal. Sci.* 22, 469-474, (2006).